

**BEST AVAILABLE COPY****PATENT ABSTRACTS OF JAPAN**

(11)Publication number : 2000-063171

(43)Date of publication of application : 29.02.2000

(51)Int.CI. C04B 35/053  
 C23C 14/24  
 H01J 11/02

(21)Application number : 10-226646 (71)Applicant : MITSUBISHI MATERIALS CORP

(22)Date of filing : 11.08.1998 (72)Inventor : TAKENOUCHE TAKEYOSHI  
 OOMISONO HITOSHI**(54) POLYCRYSTALLINE MGO VAPOR DEPOSITING MATERIAL****(57)Abstract:**

**PROBLEM TO BE SOLVED:** To scarcely cause splash and form an MgO film to be formed into an almost uniform thickness even by depositing a vapor by an electron beam vapor deposition method.

**SOLUTION:** This MgO vapor depositing material comprises a sintered compact pellet of a polycrystalline MgO having  $\geq 99.90\%$  of MgO purity, especially  $\leq 30$  ppm content of carbon and  $\geq 98\%$  relative density. Furthermore, contents of impurities contained in the sintered compact pellet of the polycrystalline MgO are respectively  $\leq 150$  ppm each of Si and Al impurities expressed in terms of element concentrations,  $\leq 200$  ppm of Ca impurity expressed in terms of the element concentration,  $\leq 50$  ppm of Fe impurity expressed in terms of the element concentration,  $\leq 10$  ppm each of Cr, V and Ni impurities expressed in terms of the element concentrations,  $\leq 20$  ppm each of Na and K impurities expressed in terms of the element concentrations and  $\leq 150$  ppm of Zr impurity expressed in terms of the element concentration.

**LEGAL STATUS**

[Date of request for examination] 31.03.2000

[Date of sending the examiner's decision of rejection]

[Kind of final disposal of application other than the examiner's decision of rejection or application converted registration]

[Date of final disposal for application]

[Patent number] 3314728

[Date of registration] 07.06.2002

[Number of appeal against examiner's decision of rejection]

[Date of requesting appeal against examiner's decision of rejection]

[Date of extinction of right]

【印用例1】

(10) 日本国特許庁 (JP)

(12) 公開特許公報 (A)

(11) 特許出願公開番号

特開2000-63171

(P2000-63171A)

(13) 公開日 平成12年2月29日 (2000.2.29)

(51) Int.Cl.  
C 04 B 35/053  
C 23 C 14/24  
H 01 J 11/02

類別記号

F I  
C 04 B 35/04  
C 23 C 14/24  
H 01 J 11/02

アート(参考)  
A 4 G 0 3 0  
E 4 K 0 2 9  
B 5 C 0 4 0

審査請求 未請求 請求項の数2 O.L (全 6 頁)

(21) 出願番号

特願平10-228646

(71) 出願人

三菱マテリアル株式会社

東京都千代田区大手町1丁目5番1号

(72) 発明者

竹之内 武輔

埼玉県大宮市北袋町一丁目297番地 三菱

マテリアル株式会社総合研究所内

(73) 発明者

近江園 仁

埼玉県大宮市北袋町一丁目297番地 三菱

マテリアル株式会社総合研究所内

(74) 代理人

100107755

弁理士 町野 誠

最終頁に統ぐ

(54) 【発明の名称】 多結晶MgO蒸着材

(57) 【要約】

【課題】 电子ビーム 热着法にて热着しても、スラッシュが殆ど発生せざかつ成膜されるMgO膜の厚さを均一に形成できる。

【解決手段】 本発明の多結晶MgO蒸着材はMgO純度90、90%以上、特に、カーボン量が30ppm以下であり、かつ相対密度が9.8%以上の多結晶MgOの焼結体ペレットからなる。更に多結晶MgOの焼結体ペレットに含まれる、Si及びAlの不純物がそれぞれ元素濃度で150ppm以下、Ceの不純物が元素濃度で200ppm以下、Feの不純物が元素濃度で50ppm以下、Cr、V及びNiの不純物がそれぞれ元素濃度で10ppm以下、Na及びKの不純物がそれぞれ元素濃度で20ppm以下、Zrの不純物が元素濃度で150ppm以下である。

#### 【特許請求の範囲】

【請求項 1】 MgO 純度 9.9. 9.0% 以上でカーボン量が 3.0 ppm 以下であり、かつ相対密度が 9.8% 以上の多結晶 MgO の焼結体ペレットからなる多結晶 MgO 烷着材。

【請求項 2】 多結晶 MgO の焼結体ペレットに含まれる Si 及び Al の不純物がそれぞれ元素濃度で 150 ppm 以下であり、Ca の不純物が元素濃度で 200 ppm 以下であり、Fe の不純物が元素濃度で 50 ppm 以下であり、Cr, V 及び Ni の不純物がそれぞれ元素濃度で 10 ppm 以下であり、Na 及び K の不純物がそれぞれ元素濃度で 20 ppm 以下であり、Zr の不純物濃度で 150 ppm 以下である請求項 1 記載の多結晶 MgO 烷着材。

#### 【発明の詳細な説明】

##### 【0.0.01】

【発明の属する技術分野】 本発明は、AC型のプラズマディスプレイパネルの MgO 膜の成膜に適した多結晶 MgO 烷着材に関するものである。

##### 【0.0.02】

【従来の技術】 近年、液晶 (Liquid Crystal Display LCD) をはじめとして、各種の平面ディスプレイの研究開発と実用化はめざましく、その生産も急増している。ガラーブラスマディスプレイパネル (PDP) についても、その開発と実用化の動きが最近活発になっている。PDP は大型化しやすく、ハイビジョン用の大画面壁掛けテレビの最短距離にあり、既に対角 4.0 インチクラスの PDP の試作が進められている。PDP は、電極構造の点で金属電極がガラス誘電体材料で覆われる AC 型と、放電空間に金属電極が露出している DC 型とに分類される。

【0.0.03】 この AC 型 PDP の開発の当初は、ガラス誘電体層が放電空間に露出していたため、直接放電にさらされ、イオン衝撃のスパッタリングにより誘電体層の表面が変化して放電開始電圧が上昇していた。そのため、高い昇華熱を持つ種々の酸化物をこの誘電体層の保護膜とする試みがなされた。この保護膜は直接放電用のガスと接しているために重要な役割を担っている。即ち、保護膜に求められる特性は、低い放電電圧、放電時の耐スパッタリング性、速い放電の応答性、及び絶縁性である。これらの条件を満たす材料として、MgO が保護膜に用いられる。この MgO からなる保護膜は、誘電体層の表面を放電時のスパッタリングから守り、PDP の長寿命化に重要な働きをしている。

【0.0.04】 現在、AC 型 PDP の上記保護膜として、单結晶 MgO の破碎品を蒸着材とする電子ビーム 蒸着法により成膜された MgO 膜が知られている。この電子ビーム 蒸着法による MgO 膜は 1.000 オングストローム / 分以上の高速で成膜することができる。また成膜された MgO 膜の結晶方位は (111) 面に配向した膜が最も

低い維持電圧で駆動でき、更に膜中に存在する (111) 面の量が増えるほど二次電子の放出比は増大し、駆動電圧も減少すると言われている。なお上記单結晶 MgO の破碎品は純度が 9.8% 以上の MgO クリンカや経焼 MgO (1.000 オングストローム以下で焼結された MgO) を電気炉 (アーケ炉) で熔融することにより、即ち電融によりインゴットとした後、このインゴットから单結晶部を破碎して取出すことにより製造される。

##### 【0.0.05】

【発明が解決しようとする課題】 しかし、上記従来の单結晶 MgO の破碎品を蒸着材として用いた電子ビーム 蒸着法では、单結晶 MgO がカーボン電極棒によるアーケ炉で製造するため、单結晶中のカーボン量は 1.000 ppm 以上存在し、電子ビームで蒸着した膜中にもかなりのカーボン量が存在する。カーボンが MgO 膜中にかなり存在するとプラズマ放電時、膜表面層近傍に存在する電荷が膜中に取り込み易く（トラップし易く）電子の衝突頻度が低下し、ついては 2 次電子の放出係数が下がるため、放電電圧を高くしなければならない問題があつた。また蒸着材に局所的に高エネルギーを与えるため、微粉の蒸着材の飛散（スプラッシュ）が発生し、蒸着効率が低下する不具合があつた。このスプラッシュの発生の防止には蒸着材の大型化が有効であると考えられているが、单結晶 MgO はその製造過程として、電気溶融後かなり長時間自然放置する状態を経て、大型インゴットを冷却し、更にそのインゴットから单結晶部分を破碎して取り出し、整粒する工程がある。その際、フレッシュな破碎面は活性度が高く、大気中の水分や炭酸ガスが長時間にわたって付着するため、蒸着前の脱気工程で、これらの付着した水分、炭酸ガスがかなり放出されるため、脱気にかなりの時間を要し、生産性を向上する上で問題視されている。その破碎品では現行の粒径 1 ~ 5 mm より大きな粒子を、歩留り良く安定して確保することは困難であった。また上記従来の单結晶 MgO の破碎品を蒸着材として用いた電子ビーム 蒸着法では、大面積のガラス誘電体層に対して MgO の膜を均一に成膜することが難しく、膜厚分布に問題があった。この結果、MgO 膜を成膜したガラス誘電体層を PDP に組み込んだ場合に、電気的特性、例えば放電開始電圧や維持電圧が、高くならったり低くなったりする問題点があつた。

【0.0.06】 一方、MgO クリンカや経焼 MgO は、海水から得られる MgCl<sub>2</sub> を原料としていることが多く、この MgCl<sub>2</sub> には比較的多くの Ca, Si, Fe 等の不純物が含まれるため、これらの不純物が单結晶 MgO 中に残留する。また单結晶 MgO の製造過程におけるインゴットでは、このインゴットの中心から表面部に向かって連続的に不純物量が増加しており、このため单結晶部の取り出し方によって製品の純度が極めて容易に変動してしまい、单結晶 MgO の純度の安定性や信頼性を欠く問題点があつた。

【0007】これらの点を解消するために単結晶MgOに代えて多結晶MgOを用いる方法も考えられる。しかし種々の焼結助剤の添加により緻密化した高密度の多結晶MgOでは、組織的に結晶粒界に欠陥が存在する問題点があり、また純度を高くすると密度が低くなる問題点があった。一方、欠陥のほとんどない原子間結合エネルギーの高い構造体は、蒸着に際して電子ビームを照射する時、かなり高エネルギーの電子が衝突しないと結合を壊り切ってMgやOの原子は飛び出しにくく、飛び出しが少ないため、成膜速度を速くするには電子ビームのパワーを上げるなり、限界があった。この結果、これらの多結晶MgO蒸着材を用いて電子ビーム蒸着法にてガラス誘電体層にMgO膜を成膜すると結晶方位(111)面への配向性が減少し、このガラス誘電体層をPDPに組込んだときの電気特性が低下するため、多結晶MgOを蒸着材として使用できなかった。

【0008】本発明の目的は、電子ビーム蒸着法にて蒸着しても、スプラッシュを発生させずに高速でかつ均一に成膜できる多結晶MgO蒸着材を提供することにある。本発明の別の目的は、成膜されたMgO膜の膜特性を向上できる多結晶MgO蒸着材を提供することにある。

#### 【0009】

【課題を解決するための手段】請求項1に係る発明は、MgO純度が9.9、9.0%以上でカーボン量が3.0ppm以下であり、かつ相対密度が9.8%以上の多結晶MgOの焼結体ベレットからなる多結晶MgO蒸着材である。この請求項1に記載された多結晶MgO蒸着材では、高純度かつ高密度の多結晶MgO蒸着材を用いてAC型PDP等のMgO膜を成膜すると、スプラッシュが極めて少なく高速で安定した成膜ができる。また膜厚分布を向上できるので、略均一な膜質を有するMgO膜を得ることができる。

【0010】請求項2に係る発明は、請求項1に係る発明であって、更に、多結晶MgOの焼結体ベレットに含まれる、Si及びAlの不純物がそれ元素濃度で1.50ppm以下であり、Caの不純物が元素濃度で2.00ppm以下であり、Feの不純物が元素濃度で5.00ppm以下であり、Cr、V及びNiの不純物がそれ元素濃度で1.00ppm以下であり、Na及びKの不純物がそれ元素濃度で2.00ppm以下であり、Zrの不純物濃度1.50ppm以下であることを特徴とする。この請求項2に記載された多結晶MgO蒸着材では、成膜されたMgO膜に含まれる不純物が極めて少なくなるので、このMgO膜の膜特性は向上する。

#### 【0011】

【発明の実施の形態】次に本発明の実施の形態を詳しく説明する。本発明の多結晶MgO蒸着材はMgO純度が9.9、9.0%以上、特に、カーボン量が3.0ppm以下であり、かつ相対密度が9.8%以上の多結晶MgOの焼

結体ベレットからなる多結晶MgO蒸着材。

【0012】多結晶MgOの焼結体ベレットに含まれる不純物(Si、Al、Ge、Fe、Cr、V、Ni、Ne、K、C、及びZr)の含有量は合計で8.50ppm以下であることが好ましい。また上記不純物の個別的な含有量は、Si及びAlの不純物がそれ元素濃度で1.50ppm以下であり、Caの不純物が元素濃度で2.00ppm以下であり、Feの不純物が元素濃度で5.00ppm以下であり、Cr、V及びNiの不純物がそれ元素濃度で1.00ppm以下であり、Na及びKの不純物がそれ元素濃度で2.00ppm以下であり、Zrの不純物が元素濃度で1.50ppm以下であることが好ましい。上記各不純物が元素濃度で上記値を越えると、MgO蒸着材を電子ビーム蒸着法で成膜したガラス基板をパネルに組み込んだときに、膜質にはらつきが生じるために、電気的特性、例えば駆動電圧が高くなったり或いは不安定にならたりする不具合がある。

#### 【0013】

【実施例】以下、本発明を実施例及び比較例を挙げて、本発明をより具体的に説明するが、本発明はその要旨を越えない限り、以下の実施例に限定されるものではない。

<実施例1>先ずMgO粉末(岩谷化学社製M.J-3D、純度9.9、9.0%、平均粒径0.3μm)に対し、バインダーとしてポリエチレングリコール(三洋化成社製PEG-200)を1重量%添加し、エタノールを分散媒とするスラリーを濃度7.2重量% (粘度4.00cps)に調整した。次いでこのスラリーをボールミル(直徑1.0mmの樹脂製ボール使用)にて2.0時間湿式混合した後、スプレードライヤにて噴霧乾燥して平均粒径8.0μmの造粒粉末を得た。噴霧乾燥の条件はアドマイザ(高速回転円盤)の回転速度を10,000r.p.mに設定し、加熱ガスの入口及び出口温度をそれぞれ100°C及び60°Cに設定した。次に得られた造粒粉末をCIP成形装置の薄肉円筒状容器(内径15.5mm、高さ8mm)に充填し、1500Kg/cm<sup>2</sup>でCIP成形した。更に、この成形体を二段階焼結した。即ち電気炉に入れ、大気中1300°Cで2時間一次焼結した後、1650°Cで2時間二次焼結した。一次焼結から二次焼結への昇温速度は30°C/時間であり、二次焼結終了後の降温速度は50°C/時間であった。この焼結体の円盤を実施例1とした。

<実施例2>実施例1と同様に調整したスラリーを実施例1と同一のボールを使用したボールミルにて2.4時間湿式混合した後、スプレードライヤにて噴霧乾燥して平均粒径20.0μmの造粒粉末を得た。この造粒粉末を一軸プレス装置の型(内径5mm、深さ3mm)に充填し、1000Kg/cm<sup>2</sup>で一軸フレス成形した。上記以外は実施例1と同様に製造した。この焼結体ベレットを実施例2とした。

**[0015]** <実施例3> 実施例1と同様に調整したスラリーを実施例1と同じポールを使用したボールミルにて4時間温式混合した後、スフレードライヤにて噴霧乾燥して平均粒径 $130\mu\text{m}$ の造粒粉末を得た。この造粒粉末をCIP成形装置の薄肉円筒状容器（内径 $15.5\text{mm}$ 、高さ $8\text{mm}$ ）に充填し、 $1500\text{Kg}/\text{cm}^2$ でCIP成形した。上記以外は実施例1と同様に製造した。この焼結体の円板を実施例3とした。

<実施例4> 実施例1と同様に調整したスラリーを搅拌ミル（直径 $2\text{mm}$ のZrO<sub>2</sub>製ポール使用）にて1時間温式混合した後、スフレードライヤにて噴霧乾燥して平均粒径 $200\mu\text{m}$ の造粒粉末を得た。この造粒粉末を一軸プレス装置の型（内径 $6\text{mm}$ 、深さ $3\text{mm}$ ）に充填し、 $1000\text{Kg}/\text{cm}^2$ で一軸プレス成形した。上記以外は実施例1と同様に製造した。この焼結体ベレットを実施例4とした。

**[0016]** <実施例5> 実施例1と同様に調整したスラリーを実施例1と同一のポールを使用した搅拌ミルにて1時間温式混合した後、スフレードライヤにて噴霧乾燥して平均粒径 $130\mu\text{m}$ の造粒粉末を得た。この造粒粉末を一軸プレス装置の型（内径 $6\text{mm}$ 、深さ $3\text{mm}$ ）に充填し、 $1000\text{Kg}/\text{cm}^2$ で一軸プレス成形した。上記以外は実施例1と同様に製造した。この焼結体ベレットを実施例5とした。

**[0017]** <比較例1> 実施例1と同様に調整したスラリーを実施例1と同一のポールを使用したボールミルにて4時間温式混合した後、スフレードライヤにて噴霧乾燥して平均粒径 $70\mu\text{m}$ の造粒粉末を得た。次に得

られた造粒粉末をCIP成形装置の薄肉円筒状容器（内径 $15.5\text{mm}$ 、高さ $8\text{mm}$ ）に充填し、 $1500\text{Kg}/\text{cm}^2$ でCIP成形した。更にこの成形体を電気炉に入れ、大気中 $1550^\circ\text{C}$ で3時間焼結した。この焼結体の円板を比較例1とした。

<比較例2> 実施例1と同様に調整したスラリーを搅拌ミル（直径 $3\text{mm}$ のZrO<sub>2</sub>製ポール使用）にて8時間温式混合した後、スフレードライヤにて噴霧乾燥して平均粒径 $200\mu\text{m}$ の造粒粉末を得た。この造粒粉末を一軸プレス装置の型（内径 $6\text{mm}$ 、深さ $3\text{mm}$ ）に充填し、 $1000\text{Kg}/\text{cm}^2$ で一軸プレス成形した。焼結は比較例1と同様に行なった。この焼結体ベレットを比較例2とした。

<比較例3> 市販の壺融により製造された単結晶MgO（純度 $9.9\sim 9.95\%$ ）の破砕品を比較例3とした。この破砕品の直徑は $3\sim 5\text{mm}$ であった。

#### 【0018】<比較試験と評価>

##### （a）相対密度測定

実施例1～5及び比較例1～3で得られた焼結体の円板、ベレット及び破砕品の純度、相対密度をそれぞれ測定した。これらの結果を表1に示す。なお、純度は不純物の分析値より算出し、相対密度はトルエン中、アルキメデス法で測定した。また表1には実施例1～5及び比較例1～3の焼結体の円板及びベレットの製造条件、即ちスラリーの混合処理、造粒粉末の平均粒径及び成形体の焼結条件を記載した。

#### 【0019】

【表1】

試験項目	製造条件				MgO焼結体	
	混合処理		合計包末 の平均粒径 (μm)	搅拌時間 (min)	焼結条件	純度 (%)
	スラリー 用 ボール	搅拌 用 ボール				
実施例1	ボール	5	20	60	二段焼結	99.9
実施例2	ボール	5	24	200	二段焼結	99.9
実施例3	ボール	6	23	160	二段焼結	99.9
実施例4	搅拌	2	1	200	二段焼結	99.9
実施例5	搅拌	2	1	160	二段焼結	99.9
比較例1	ボール	6	48	70	一段焼結 (160°C × 1時間)	99.2
比較例2	搅拌	3	8	40	一段焼結 (160°C × 1時間)	99.4
比較例3	市販電解により製造された単結晶MgOの破砕品				99.3	—

**[0020]** 表1から明らかなる様に、実施例1～5では製造工程での不純物の混入はなく、MgO焼結体の純度は出発原料のMgO粉末に相応して全て $99.9\sim 99.95\%$ 以上であり、相対密度は $99\%以上$ まで緻密化した。一方、比較例2では、ボールミルや搅拌ミルで混合する時間やメディア容積が不適切なために、製造工程で不純物が混入した。更に実施例1、3と比較例1、2から、相対

密度に関して二段階焼結の方が一段階焼結より好ましいことが判った。

##### 【0021】(b) 不純物の分析

実施例3の焼結体と比較例2の焼結体及び比較例3の単結晶MgOの破砕品とに含まれる不純物を、原子吸光及びICP（誘導結合形プラズマ分離法、Inductively Coupled Plasma emiss

ion spectrochemical analysis)によりそれぞれ分析した。その結果を表2に示す。

[0022]

【表2】

	不純物(ppm)										
	Si	Al	Ca	Fe	Cr	V	Ni	Na	K	C	N
実施例3	16	15	29	24	7	8	8	0.4	1.0	26	5
比較例2	30	17	30	26	7	8	8	0.8	1.1	26	600
比較例3	40	90	300	231	20	30	19	0.4	0.8	100	30

[0023] 表2から明らかに、実施例3では不純物の濃度が2.5 ppm未満であったのに対し、比較例2ではZr以外の不純物の濃度が3.0 ppm以下であったが、不純物Zrの濃度がかなり高い8.0 ppmを示した。また比較例3では不純物Crの濃度が3.90 ppmと極めて高い値を示した。これは、比較例3の原料中にAl、Ca、Feが多量に含まれており、特にCaが多量に含まれているためである。

[0024] (c) 成膜したMgO膜の特性試験及びその放電性試験

実施例2、4及び5の焼結体ベレットと、比較例2の焼結体ベレット、比較例3の単結晶MgOの破砕品とに電子ビーム蒸着法によりガラス基板に成膜して5種類のTEG (Test Element Group) 基板を作製した。TEG基板は、厚さ3mmのガラス基板(コーニング#7059ガラス製)上にフォトリソグラフィによりIn-Sn複合酸化膜からなる下地電極を1.0 μmの間隔で厚さ1μm、幅1.00 μmに形成し、これらの下地電極を覆うように反応性DCスパッタリングで厚さ3μmのガラス層を形成した後、上記電子ビーム蒸着法により同一の成膜条件で厚さ2.000オングスト

ロームのMgO膜を成膜することにより作られた。なお、MgO膜の成膜条件は、加速電圧が1.5 KV、蒸着圧力が1×10<sup>-2</sup>Pa、距離距離が60.0 mmであった。

[0025] 先ず上記MgO膜の屈折率を測定した。MgO膜の屈折率は、He-Neレーザー(波長632.8オングストローム)により、膜に対し1波長、2入射角(5.5°、7.0°)のエリプソメトリーを行い、解析ソフトを用いて求めた。次に上記MgO膜の放電開始電圧を以下の方法で測定した。5種類のTEG基板をTEG基板のN=1.5%で5.0 OTorrの真空ペルシャー内に配置した加熱サンプル台に載せ、下地電極をパルス電源に接続し、TEG基板を熱電対で測定しながら一定の温度に制御して、電源電圧を上昇して行き、放電を開始する電圧を測定した。パルス電源は0~300Vの範囲で電圧可変であって、周波数56Hzでパルス幅10μsのパルスを発生するようになっている。MgO膜の屈折率、放電開始電圧を表3に示す。

[0026]

【表3】

	屈折率	放電開始電圧(V)	結晶速度A/min	スピラシジョン有無
実施例2	1.74	140	8200	なし
実施例4	1.73	188	8600	なし
実施例5	1.74	135	8400	なし
比較例2	1.65	166	—	少しあり
比較例3	1.68	164	2700	あり

[0027] 表3から明らかなように、比較例2及び3では屈折率が1.65及び1.68であったのに対し、実施例2、4及び5では屈折率が1.7以上と向上した。また放電開始電圧は、実施例2、4及び5では比較例2、3と比べて10~20V程度低いことが判った。更に実施例の結晶速度は比較例の約3倍の値が得られた。これは電子ビームが当った時に、比較例3の単結晶MgOの破砕品では配向性があるが、実施例の多結晶MgOの焼結体ベレットでは配向性がないために効率的な成膜が可能となったためである。なお、実施例2、4及び5を用いてMgO膜を成膜した基板をPDPに組み込んだときの耐スパッタ性も良好で駆動電圧も低下した。

[0028] (d) MgO膜の膜厚分布

実施例2の焼結体ベレットと、比較例2の焼結体ベレットと比較例3の単結晶MgOの破砕品とを、上記と同様に電子ビーム蒸着法によりガラス基板に成膜した。このMgO膜の膜厚分布をHe-Neレーザー(532.8オングストローム)のエリプソメトリーにより測定した。この結果を表4に示す。なお、表4において各部の膜厚をガラス基板中心の膜厚に対する比で示した。即ち、ガラス基板中心の膜厚を1.0とし、各部の膜厚はこれに対する比で示した。

[0029]

【表4】

ガラス基板中心からMgO膜厚(cm)	各回のMgO膜厚/ガラス基板中心のMgO膜厚			
	0	2	4	8
実験例 2	1.00	0.99	0.95	0.93
比較例 2	1.00	0.95	0.86	0.88
比較例 3	1.00	0.95	0.90	0.78

【0.0.30】表4から明らかかなように、実験例2の減少率(パラッキ割合)は比較例2及び3より小さかった。

#### 【0.0.31】

【説明の効果】以上述べたように、本発明によれば、多結晶MgOの蒸着材をMgO純度が99.90%以上、特にカーボン量が30ppm以下であり、かつ相対密度が98%以上の多結晶MgOの焼結体ベレットから構成したので、この高純度かつ高密度の多結晶MgO蒸着材を用いてAC型PDP等のMgO膜を成膜すると、スプラッシュが少なく効率的に成膜でき、時均一な膜厚を有するMgO膜を得ることができる。この結果、MgO膜の成膜面積が大きくても、路均一に成膜することができるので、例えばMgO膜を成膜したガラス誘電体層をPDPに組み込んだ場合に、放電開始電圧や駆動電圧を低く一定にでき、PDPの電気的特性を向上できる。

【0.0.32】また多結晶MgOの焼結体ベレットに含まれる、S及びAlの不純物をそれぞれ元素濃度で150ppm以下に、Caの不純物を元素濃度で200ppm

m以下に、Feの不純物を元素濃度で50ppm以下に、Cr、V及びNiの不純物をそれぞれ元素濃度で100ppm以下に、Ne及びKの不純物をそれぞれ元素濃度で200ppm以下に、Zrの不純物を元素濃度で150ppm以下にすれば、成膜されたMgO膜に含まれる不純物が極めて少なくなるので、このMgO膜の膜特性は向上する。

【0.0.33】更に純度が99.90%以上で平均粒径が0.1~3μmのMgO粉末とバインダと有機溶媒とを混合して濃度が4.5~5.7重量%のスラリーを調整し、スラリーを噴霧乾燥して平均粒径が5.0~3.00μmの焼結粉末を得た後、この焼結粉末を所定の型に入れて所定の圧力で成形し、この成形体を所定の温度で焼結すれば、上記MgO純度が99.90%以上、特にカーボン量が30ppm以下でありかつ相対密度が98%以上の多結晶MgOの焼結体ベレットからなる多結晶MgO蒸着材を得ることができる。

#### フロントページの続き

Fターム(参考) AA03 AA03 AA04 AA07 AA08 AA17  
 AA22 AA27 AA29 AA36 AA37  
 AA45 AA50 CA01 GA28 GA29  
 AK029 AA03 BA43 BB08 B000 DB05  
 DB17  
 SC040 GE07 KA04 KB08 KB19 KB30  
 MR24 MR26

**This Page is Inserted by IFW Indexing and Scanning  
Operations and is not part of the Official Record**

## **BEST AVAILABLE IMAGES**

Defective images within this document are accurate representations of the original documents submitted by the applicant.

Defects in the images include but are not limited to the items checked:

- BLACK BORDERS**
- IMAGE CUT OFF AT TOP, BOTTOM OR SIDES**
- FADED TEXT OR DRAWING**
- BLURRED OR ILLEGIBLE TEXT OR DRAWING**
- SKEWED/SLANTED IMAGES**
- COLOR OR BLACK AND WHITE PHOTOGRAPHS**
- GRAY SCALE DOCUMENTS**
- LINES OR MARKS ON ORIGINAL DOCUMENT**
- REFERENCE(S) OR EXHIBIT(S) SUBMITTED ARE POOR QUALITY**
- OTHER:** \_\_\_\_\_

**IMAGES ARE BEST AVAILABLE COPY.**

As rescanning these documents will not correct the image problems checked, please do not report these problems to the IFW Image Problem Mailbox.